

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



PatentWeb  
Home



Edit  
Search



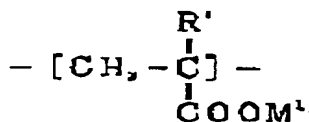
Return to  
Patent List



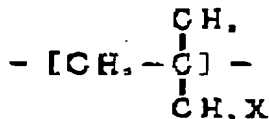
Help

☐ Include in patent order

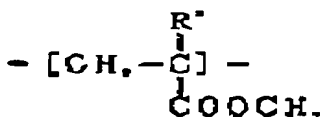
## MicroPatent® Worldwide PatSearch: Record 1 of 1



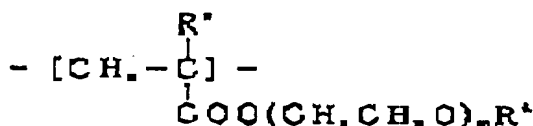
I



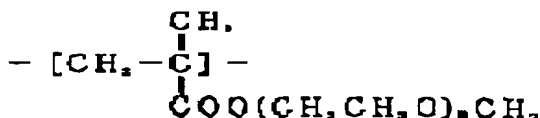
II



III



IV



V

Family Lookup

JP2000327384

DISPERSANT FOR POWDERY CEMENT

TAKEMOTO OIL & FAT CO LTD TAIHEIYO CEMENT CORP

Inventor(s): KINOSHITA MITSUO ;IDA MASAHIRO ;OKADA KAZUHISA ;SOEDA KOICHI ;HAYASHI  
HIROSHI ;TSUKADA KAZUHISA ;ISOMURA HIROTAKA

Application No. 11132228 , Filed 19990513 , Published 20001128

### Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a dispersant not causing change in quality in itself, capable of imparting high fluidity and suppressing deterioration with the lapse of time and capable of imparting early strength in the hardening initial stage by drying an aqueous mixture of (A) a water-soluble vinyl copolymer having specific structural units and a specific number average molecular weight with (B) a reducing inorganic compound selected from the group consisting of a sulfurous acid compound and a thiosulfuric acid compound, and then by crushing the dried mixture.

SOLUTION: The ingredient A contains structural units of formula I to formula V, wherein R1-R3 are each H or methyl; R4 is a 1-3C alkyl; M1 is H, an alkali (or alkaline earth) metal, ammonium or an organic amine; M2 is M1 is except H; (m) is 40-109 and; (n) is 5-30 in respective contents of 50-75 mol%, 2-20 mol%, 1-18 mol%, 2-15 mol% and 0.5-15 mol% and in the total of 100 mol%. The number average molecular weight of the ingredient A is 3,500-70,000. The mixing weight ratio of the ingredient A to the ingredient B is 100/0.01 to 100/3.

Int'l Class: C04B02426 C04B02214 C04B10340

MicroPatent Reference Number: 001745536

COPYRIGHT: (C) 2000 JPO



PatentWeb  
Home



Edit  
Search



Return to  
Patent List



Help

---

For further information, please contact:  
Technical Support | Billing | Sales | General Information

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-327384

(P2000-327384A)

(43) 公開日 平成12年11月28日 (2000. 11. 28)

|                                     |      |               |             |
|-------------------------------------|------|---------------|-------------|
| (51) Int.Cl. <sup>7</sup>           | 識別記号 | F I           | テーマコード (参考) |
| C 0 4 B 24/26                       |      | C 0 4 B 24/26 | E 4 G 0 1 2 |
|                                     |      |               | A           |
|                                     |      |               | B           |
|                                     |      |               | F           |
| 22/14                               |      | 22/14         | Z           |
| 審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁) 最終頁に続く |      |               |             |

(21) 出願番号 特願平11-132228

(22) 出願日 平成11年5月13日 (1999. 5. 13)

(71) 出願人 000210654

竹本油脂株式会社

愛知県蒲郡市港町2番5号

(71) 出願人 000000240

太平洋セメント株式会社

東京都千代田区西神田三丁目8番1号

(72) 発明者 木之下 光男

愛知県蒲郡市港町2番5号 竹本油脂株式  
会社内

(74) 代理人 100081798

弁理士 入山 宏正

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉末状セメント分散剤

(57) 【要約】

【課題】 それ自体の変質がなく、またセメント配合物に高い流動性を与えると共にその経時的低下を抑え、しかも硬化初期に十分な早期強度を発現させる粉末状セメント分散剤を提供する。

【解決手段】 分子中に相対的に長いポリオキシエチレングラフト鎖と相対的に短いポリオキシエチレングラフト鎖を所定割合で有する特定の水溶性ビニル共重合体と、特定の還元性無機化合物との水系混合物を、乾燥し、粉碎した。

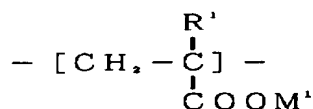
## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記の成分 A と成分 B との水系混合物を乾燥し、粉碎して成る粉末状セメント分散剤。

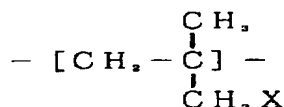
成分 A：全構成単位中に、下記の式 1 で示される構成単位 A を 50～75 モル%、下記の式 2 で示される構成単位 B を 2～20 モル%、下記の式 3 で示される構成単位 C を 1～18 モル%、下記の式 4 で示される構成単位 D を 2～15 モル% 及び下記の式 5 で示される構成単位 E を 0.5～15 モル% (合計 100 モル%) の割合で有する数平均分子量 3500～70000 の水溶性ビニル共重合体

成分 B：亜硫酸化合物及びチオ硫酸化合物から選ばれる少なくとも一つの還元性無機化合物

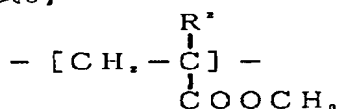
## 【式 1】



## 【式 2】



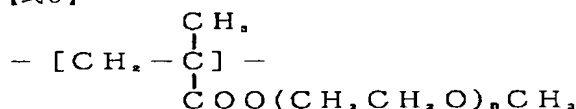
## 【式 3】



## 【式 4】



## 【式 5】



{式 1～式 5 において、

$R^1, R^2, R^3$ : H 又は  $CH_3$

$R^4$ : 炭素数 1～3 のアルキル基

$M^1$ : 水素、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミン  $X$ :  $-SO_3M^2$  又は  $-O-C_6H_4-SO_3M^2$  で示される有機基 ( $M^2$ : アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミン)

$m$ : 40～109 の整数

$n$ : 5～30 の整数}

【請求項 2】 請求項 1 記載の成分 A と成分 B との水系混合物を乾燥し、粉碎し、分級して成る粉末状セメント分散剤。

【請求項 3】 成分 A が数平均分子量 5000～45000 の水溶性ビニル共重合体である請求項 1 又は 2 記載の粉末状セメント分散剤。

【請求項 4】 成分 B が亜硫酸アルカリ金属塩である請求項 1、2 又は 3 記載の粉末状セメント分散剤。

【請求項 5】 水系混合物が、成分 A と成分 B とを、成分 A/成分 B = 100/0.01～100/3 (重量比) の割合で水系混合したものである請求項 1、2、3 又は 4 記載の粉末状セメント分散剤。

【請求項 6】 粒径が 3000  $\mu m$  以下であり、且つ平均粒径が 5～2000  $\mu m$  である請求項 1、2、3、4 又は 5 記載の粉末状セメント分散剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は粉末状セメント分散剤に関する。セメントに各種混和剤を配合したセメント系プレミックス製品の製造において、或はまたモルタルやコンクリート配合物の調製において、粉末状セメント分散剤が使用される。本発明はかかる粉末状セメント分散剤の改良に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、上記のような粉末状セメント分散剤として、ナフタレンスルホン酸ホルマリン高縮合物塩やメラミンスルホン酸ホルマリン高縮合物塩が提案されている (特開昭 60-221354)。しかし、これらの粉末状セメント分散剤には、これらを用いて調製したセメント配合物の流動性の経時的低下が大きいという欠点がある。かかる流動性の経時的低下を改善するものとして、水溶性ビニル共重合体と石灰やセメント等との混合物を粉碎したものも提案されている (特開昭 62-41743、特開平 6-239652)。しかし、これらの粉末状セメント分散剤には、その製造過程で水溶性ビニル共重合体に変質するという欠点があり、またこれらの粉末状セメント分散剤を用いてセメント配合物を調製すると、ナフタレンスルホン酸ホルマリン高縮合物塩やメラミンスルホン酸ホルマリン高縮合物塩を用いた場合に比べて流動性の経時的低下は少なくなるものの、凝結遅延性が大きくなって早期強度の発現に劣るという欠点がある。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明が解決しようとする課題は、従来の粉末状セメント分散剤では、調製したセメント配合物の流動性の経時的低下が大きい、或はそれ自体が変質し易く、また調製したセメント配合物が早期強度の発現に劣るという点である。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 しかして本発明者らは、上記の課題を解決するべく研究した結果、特定の分子構造を有する水溶性ビニル共重合体と特定の還元性無機化合物との水系混合物を乾燥し、粉碎した粉末状セメント

分散剤が正しく好適であることを見出した。

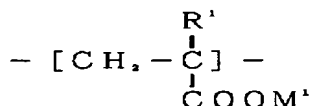
【0005】すなわち本発明は、下記の成分Aと成分Bとの水系混合物を乾燥し、粉碎して成る粉末状セメント分散剤に係る。

成分A：全構成単位中に、下記の式1で示される構成単位Aを50～75モル%、下記の式2で示される構成単位Bを2～20モル%、下記の式3で示される構成単位Cを1～18モル%、下記の式4で示される構成単位Dを2～15モル%及び下記の式5で示される構成単位Eを0.5～15モル%（合計100モル%）の割合で有する数平均分子量3500～70000の水溶性ビニル共重合体

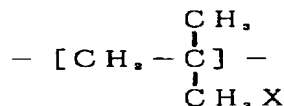
成分B：亜硫酸化合物及びチオ硫酸化合物から選ばれる少なくとも一つの還元性無機化合物

【0006】

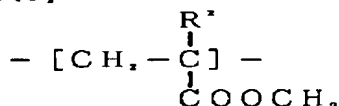
【式1】



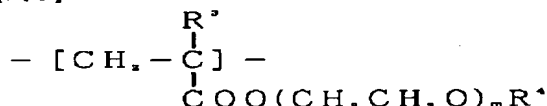
【式2】



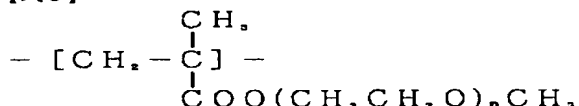
【式3】



【式4】



【式5】



【0007】式1～式5において、

$R^1, R^2, R^3$  : H又は $CH_3$

$R^4$  : 炭素数1～3のアルキル基

$M^1$  : 水素、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミン

$X$  :  $-SO_3M^2$  又は  $-O-C_6H_4-SO_3M^2$  で示される有機基 ( $M^2$  : アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミン)

$m$  : 40～109の整数

$n$  : 5～30の整数

【0008】本発明に供する成分Aは、式1～5で示される構成単位A～Eをそれぞれ所定割合で有する水溶性ビニル共重合体であって、その分子内に式4で示される構成単位Dに起因する相対的に長いポリオキシエチレングラフト鎖と式5で示される構成単位Eに起因する相対的に短いポリオキシエチレングラフト鎖を有する特定の水溶性ビニル共重合体である。かかる水溶性ビニル共重合体を構成する構成単位A～Eはそれぞれ相当するビニル単量体を共重合することにより形成される。

【0009】式1で示される構成単位Aを形成することとなるビニル単量体としては、1) メタクリル酸、アクリル酸、2) メタクリル酸のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩又は有機アミン塩、3) アクリル酸のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩又は有機アミン塩がある。なかでもメタクリル酸のナトリウムやカリウム等のアルカリ金属塩が好ましい。

【0010】式2で示される構成単位Bを形成することとなるビニル単量体としては、1) メタリルスルホン酸のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩又は有機アミン塩、2) p-メタリルオキシベンゼンスルホン酸のアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩又は有機アミン塩がある。なかでもメタリルスルホン酸のナトリウムやカリウム等のアルカリ金属塩が好ましい。

【0011】式3で示される構成単位Cを形成することとなるビニル単量体としては、メチルアクリレート、メチルメタクリレートがある。

【0012】式4で示される構成単位Dを形成することとなるビニル単量体としては、オキシエチレン単位の繰返し数が40～109である、炭素数1～3のアルコキシポリエトキシエチル (メタ) アクリレートがある。これには例えば、メトキシポリエトキシエチル (メタ) アクリレート、エトキシポリエトキシエチル (メタ) アクリレート、n-プロポキシポリエトキシエチル (メタ) アクリレート、イソプロポキシポリエトキシエチル (メタ) アクリレート等が挙げられるが、なかでもオキシエチレン単位の繰返し数が55～100であるメトキシポリエトキシエチルメタクレートが好ましい。

【0013】式5で示される構成単位Eを形成することとなるビニル単量体としては、オキシエチレン単位の繰返し数が5～30であるメトキシポリエトキシエチルメタクレートがある。なかでもオキシエチレン単位の繰返し数が7～25であるメトキシポリエトキシエチルメタクレートが好ましい。

【0014】本発明に供する水溶性ビニル共重合体は、ラジカル開始剤の存在下に、構成単位A～Eを形成することとなる前記したようなビニル共重合体を所定の共重合比率となるようラジカル共重合することにより得られる。かかるラジカル共重合は通常、水を溶媒に用いた水溶液重合により行なう。より具体的には、先ず各ビニル単量体を水に溶解し、各ビニル単量体を合計量として1

0～45重量%含む水溶液を調製する。次に窒素ガス雰囲気下において、該水溶液にラジカル開始剤を加え、50～70℃で5～8時間ラジカル共重合反応させて水溶性ビニル共重合体を得る。用いるラジカル開始剤としては、共重合反応温度下において分解し、ラジカル発生するものであればその種類は特に制限されないが、水溶性のラジカル開始剤を用いるのが好ましい。かかる水溶性のラジカル開始剤としては、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩等が挙げられる。

【0015】かくして得られる水溶性ビニル共重合体は、その全構成単位中に、構成単位Aを50～75モル%、好ましくは55～72モル%、構成単位Bを2～20モル%、好ましくは3～18モル%、構成単位Cを1～18モル%、好ましくは3～15モル%、構成単位Dを2～15モル%、好ましくは3～12モル%及び構成単位Eを0.5～15モル%、好ましくは1～12モル%（合計100モル%）の割合で有するものとする。またその数平均分子量は3500～70000（GPC法、プルラン換算、以下同じ）の範囲のものとするが、好ましくは5000～45000の範囲のものとする。

【0016】本発明に供する成分Bの還元性無機化合物には、1）亜硫酸アルカリ金属塩や亜硫酸アルカリ土類金属塩等の亜硫酸化合物、2）チオ硫酸アルカリ金属塩やチオ硫酸アルカリ土類金属塩等のチオ硫酸化合物、3）前記1）及び2）の混合物が挙げられるが、なかでも亜硫酸アルカリ金属塩が好ましく、亜硫酸ナトリウム塩が特に好ましい。

【0017】本発明の粉末状セメント分散剤は、成分Aとしての前記した水溶性ビニル共重合体と成分Bとしての前記した還元性無機化合物との水系混合物を乾燥し、粉砕して成るものである。

【0018】この場合の水系混合物とは、成分Aとしての水溶性ビニル共重合体と成分Bとしての還元性無機化合物とを、水を主とする系、通常は水溶液の系で混合したものを意味する。したがって、成分Aとしての水溶性ビニル共重合体を前記した水溶液重合によりその水溶液として得る場合には、これをそのまま用いて、成分Bとしての還元性無機化合物と混合することができる。

【0019】本発明は成分Aと成分Bとの水系混合比率を特に制限するものではないが、成分A/成分B=100/0.01～100/3（重量比）の割合となるよう水系混合するのが好ましく、成分A/成分B=100/0.5～100/2.5（重量比）の割合となるよう水系混合するのがより好ましい。

【0020】成分Aと成分Bとの水系混合物を乾燥し、粉砕する手段には、1）双方を水系混合し、次いで乾燥した後、粉砕する場合、2）双方を水系混合しつつ乾燥した後、粉砕する場合、3）双方を水系混合した後、乾

燥しつつ粉砕する場合、4）双方の水系混合、乾燥及び粉砕を並行して行なう場合がある。より具体的には例えば、成分Aとしての水溶性ビニル共重合体の水溶液と成分Bとしての還元性無機化合物との混合物の固形分濃度が5～40重量%となる場合には、水溶性ビニル共重合体の水溶液に還元性無機化合物を加え、60～100℃の温度で混合し、次いでスプレードライヤーやフラッシュジェットドライヤー等を用いて乾燥した後、粉砕して粉末状セメント分散剤を得る。また例えば、成分Aとしての水溶性ビニル共重合体の水溶液と成分Bとしての還元性無機化合物との混合物の固形分濃度が40重量%を超えることとなる場合には、水溶性ビニル共重合体の水溶液に還元性無機化合物を加え、60～120℃の温度で攪拌混練型乾燥機やバンド型連続真空乾燥機を用いて混合しつつ乾燥した後、粉砕して粉末状セメント分散剤を得る。

【0021】かくして得られる粉末状セメント分散剤は、これをそのままセメント系プレミックス製品の製造やセメント配合物の調製に使用することもできるが、これを用いてセメント系プレミックス製品等を製造する際の利便性やこれを用いてセメント配合物を調製する際の利便性から、更に分級して、その粒径を揃えたものとするのが好ましい。この場合の分級は、粉砕しつつ分級してもよいし、或は粉砕した後に分級してもよい。成分Aと成分Bとの水系混合物を乾燥し、粉砕する場合も、或は更に分級する場合も、得られる粉末状セメント分散剤の上記のような利便性から、その粒径が3000μm以下で且つ平均粒径が5～2000μmのものとするのが好ましく、その粒径が700μm以下で且つ平均粒径が5～500μmのものとするのがより好ましい。

【0022】本発明の粉末状セメント分散剤を適用するセメントとしては、普通セメント、早強セメント、中層熱ポルトランドセメント等の各種ポルトランドセメントの他に、高炉セメント、フライアッシュセメント、シリカヒュームセメント等の各種混合セメントが挙げられる。本発明の粉末状セメント分散剤と共に、シリカヒューム、高炉スラグ微粉末、フライアッシュ等の微粉末混和材料、硬化促進剤、硬化遅延剤等を合目的的に適宜用いることもできる。

【0023】本発明の粉末状セメント分散剤は通常、セメント又はセメントと微粉末混和材料とからなる結合材100重量部に対し0.01～5.0重量部の割合となるように混合して用いるが、0.05～3.0重量部の割合となるように混合して用いるのが好ましい。

【0024】本発明の粉末状セメント分散剤は、分子中に相対的に長いポリオキシエチレングラフト鎖と相対的に短いポリオキシエチレングラフト鎖を所定割合で有する特定の水溶性ビニル共重合体と、亜硫酸化合物及びチオ硫酸化合物から選ばれる還元性無機化合物との水系混合物を、乾燥し、粉砕して成るところに特長を有する。

かかる特長を有する本発明の粉末状セメント分散剤は、変質がなく、これを用いて調製したセメント配合物に高い流動性を与えると同時にその経時的低下を抑え、且つ硬化初期に充分な早期強度を発現させる。

#### 【0025】

【発明の実施の形態】本発明の実施形態としては、次の1)～5)が挙げられる。

1) 全構成単位中に、メタクリル酸ナトリウムから形成された構成単位を62モル%、メタリルスルホン酸ナトリウムから形成された構成単位を12モル%、メチルアクリレートから形成された構成単位を12モル%、メトキシポリエトキシ(オキシエチレン単位の繰り返し数68、以下単に68という)メタクリレートから形成された構成単位を8モル%及びメトキシポリエトキシ(9)メタクリレートから形成された構成単位を6モル%(合計100モル%)の割合で有する数平均分子量14800の水溶性ビニル共重合体100重量部と、亜硫酸ナトリウム塩0.5重量部との水系混合物を乾燥し、粉碎し、分級して成る、粒径700 $\mu$ m以下で且つ平均粒径450 $\mu$ mの粉末状セメント分散剤。

【0026】2) 全構成単位中に、メタクリル酸ナトリウムから形成された構成単位を57モル%、メタリルスルホン酸ナトリウムから形成された構成単位を15モル%、メチルアクリレートから形成された構成単位を14モル%、メトキシポリエトキシ(68)メタクリレートから形成された構成単位を10モル%及びメトキシポリエトキシ(23)メタクリレートから形成された構成単位を4モル%(合計100モル%)の割合で有する数平均分子量11000の水溶性ビニル共重合体100重量部と、亜硫酸ナトリウム塩0.6重量部との水系混合物を乾燥し、粉碎し、分級して成る、粒径700 $\mu$ m以下で且つ平均粒径220 $\mu$ mの粉末状セメント分散剤。

【0027】3) 全構成単位中に、メタクリル酸ナトリウムから形成された構成単位を72モル%、メタリルスルホン酸ナトリウムから形成された構成単位を8モル%、メチルアクリレートから形成された構成単位を5モル%、メトキシポリエトキシ(95)メタクリレートから形成された構成単位を4モル%及びメトキシポリエトキシ(9)メタクリレートから形成された構成単位を11モル%(合計100モル%)の割合で有する数平均分子量18500の水溶性ビニル共重合体100重量部と、亜硫酸ナトリウム塩1.0重量部との水系混合物を乾燥し、粉碎し、分級して成る、粒径700 $\mu$ m以下で且つ平均粒径320 $\mu$ mの粉末状セメント分散剤。

【0028】4) 全構成単位中に、メタクリル酸ナトリウムから形成された構成単位を65モル%、メタリルスルホン酸ナトリウムから形成された構成単位を5モル%、メチルアクリレートから形成された構成単位を10モル%、メトキシポリエトキシ(45)メタクリレートから形成された構成単位を12モル%及びメトキシポリ

エトキシ(23)メタクリレートから形成された構成単位を8モル%(合計100モル%)の割合で有する数平均分子量37000の水溶性ビニル共重合体100重量部と、亜硫酸ナトリウム塩1.0重量部との水系混合物を乾燥し、粉碎し、分級して成る、粒径3000 $\mu$ m以下で且つ平均粒径950 $\mu$ mの粉末状セメント分散剤。

【0029】5) 全構成単位中に、メタクリル酸から形成された構成単位を58モル%、p-メタリルオキシベンゼンスルホン酸ナトリウムから形成された構成単位を18モル%、メチルアクリレートから形成された構成単位を8モル%、メトキシポリエトキシ(68)メタクリレートから形成された構成単位を10モル%及びメトキシポリエトキシ(23)メタクリレートから形成された構成単位を6モル%(合計100モル%)の割合で有する数平均分子量8500の水溶性ビニル共重合体100重量部と、チオ硫酸ナトリウム塩1.2重量部との水系混合物を乾燥し、粉碎し、分級して成る、粒径3000 $\mu$ m以下で且つ平均粒径1100 $\mu$ mの粉末状セメント分散剤。

【0030】以下、本発明の構成及び効果をより具体的にするため、実施例等を挙げるが、本発明が該実施例に限定されるというものではない。尚、以下の実施例等において、別に記載しない限り、部は重量部を、また%は重量%を意味する。

#### 【0031】

##### 【実施例】試験区分1(粉末状セメント分散剤の製造)・実施例1

メタクリル酸107部(1.24モル)、メタリルスルホン酸ナトリウム38部(0.24モル)、メチルアクリレート21部(0.24モル)、メトキシポリエトキシエチル(68)メタクリレート495部(0.16モル)、メトキシポリエトキシエチル(9)メタクリレート60部(0.12モル)及び水800部を反応容器に仕込み、水酸化ナトリウムの30%水溶液165部を投入して中和し、均一に溶解した後、雰囲気窒素置換した。反応系の温度を温水浴にて60℃に保ち、過硫酸ナトリウムの20%水溶液55部を投入して重合を開始し、6時間重合反応を継続して重合を完結した。その後、酸性分解物の中和のために30%水酸化ナトリウム水溶液6部を投入し、水溶性ビニル共重合体(A-1)を含有する水溶液を得た。この水溶性ビニル共重合体(A-1)をNMR測定、元素分析、滴定分析、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)測定等で分析したところ、全構成単位中に、メタクリル酸ナトリウムから形成された構成単位/メタリルスルホン酸ナトリウムから形成された構成単位/メチルアクリレートから形成された構成単位/メトキシポリエトキシ(68)メタクリレートから形成された構成単位/メトキシポリエトキシ(9)メタクリレートから形成された構成単位=62/12/12/8/6(モル%、合計100モル



%)の割合で有する数平均分子量14800の水溶性ビニル共重合体であった。このようにして得られた水溶性ビニル共重合体(A-1)を42%含有する水溶液600部に対して亜硫酸ナトリウム1.3部を加え、ハンドミキサーで攪拌混合し、これを1リットルのニーダ型混練機に入れて、80~100℃の温度下、30トールの減圧下で乾燥しながら粉碎し、更に篩目開き700 $\mu$ mの振動篩で分級して、粉末状セメント分散剤(P-1)を得た。

【0032】・実施例2~5及び比較例1~4

実施例1と同様にして、実施例2~5の粉末状セメント分散剤(P-2~P-5)及び比較例1~4の粉末状セメント分散剤(R-1~R-4)を得た。

【0033】・比較例5

実施例1と同様にして得た水溶性ビニル共重合体(A-1)を42%含有する水溶液をそのまま、実施例1と同様にして乾燥しながら粉碎し、更に分級して、粉末状セ

\*メント分散剤(R-5)を得た。

【0034】・比較例6, 7

比較例5と同様にして、粉末状セメント分散剤(R-6, R-7)を得た。

【0035】・比較例8

実施例4の亜硫酸ナトリウム塩に代えて生石灰を用いたこと以外は実施例4と同様にして、粉末状セメント分散剤(R-8)を得た。

【0036】・比較例9

10 実施例5のチオ硫酸ナトリウム塩に代えて普通ポルトランドセメントを用いたこと以外は実施例5と同様にして、粉末状セメント分散剤(R-9)を得た。各例で得た粉末状セメント分散剤(P-1)~(P-5)及び(R-1)~(R-9)の内容を表1にまとめて示した。

【0037】

【表1】

| 区 分  | 粉末状<br>セメン<br>ト分散<br>剤の<br>種類 | 成 分 A                            |      |         |      |      |         |      |      |         |      |                |       | 成分<br>B 等<br>の<br>種類 | 成分 A /<br>成分 B 等<br>(重量比) |         |
|------|-------------------------------|----------------------------------|------|---------|------|------|---------|------|------|---------|------|----------------|-------|----------------------|---------------------------|---------|
|      |                               | 各構成単位に相当するビニル単量体の種類<br>及びその共重合比率 |      |         |      |      |         |      |      |         |      | 数平均<br>分子<br>量 |       |                      |                           |         |
|      |                               | 種類                               | 構成単位 |         | 種類   | 構成単位 |         | 種類   | 構成単位 |         | 種類   |                | 構成単位  |                      |                           |         |
|      |                               |                                  | A    | B       |      | C    | D       |      | E    |         |      |                |       |                      |                           |         |
|      |                               |                                  | 種類   | モル<br>% |      | 種類   | モル<br>% |      | 種類   | モル<br>% |      |                | 種類    | モル<br>%              | 種類                        | モル<br>% |
| 実施例1 | P-1                           | A-1                              | am-1 | 62      | bm-1 | 12   | cm-1    | 12   | dm-1 | 8       | em-1 | 6              | 14800 | B-1                  | 100/0.5                   |         |
|      | 2                             | P-2                              | A-2  | am-1    | 57   | bm-1 | 15      | cm-1 | 14   | dm-1    | 10   | em-2           | 4     | 11000                | B-1                       | 100/0.6 |
|      | 3                             | P-3                              | A-3  | am-1    | 72   | bm-1 | 8       | cm-1 | 5    | dm-2    | 4    | em-1           | 11    | 18500                | B-1                       | 100/1.0 |
|      | 4                             | P-4                              | A-4  | am-1    | 65   | bm-1 | 5       | cm-1 | 10   | dm-3    | 12   | em-2           | 8     | 37000                | B-1                       | 100/1.0 |
|      | 5                             | P-5                              | A-5  | am-1    | 58   | bm-2 | 18      | cm-1 | 8    | dm-1    | 10   | em-2           | 6     | 8500                 | B-2                       | 100/1.2 |
| 比較例1 | R-1                           | A-6                              | am-1 | 70      | —    | —    | —       | —    | dm-1 | 30      | —    | —              | 17000 | B-1                  | 100/0.5                   |         |
|      | 2                             | R-2                              | A-7  | am-1    | 60   | bm-1 | 15      | cm-1 | 5    | dm-1    | 20   | —              | —     | 14500                | B-1                       | 100/0.5 |
|      | 3                             | R-3                              | A-8  | am-1    | 45   | bm-1 | 15      | cm-1 | 20   | dm-2    | 20   | em-1           | 5     | 12800                | B-1                       | 100/0.5 |
|      | 4                             | R-4                              | A-9  | am-1    | 65   | bm-1 | 1       | cm-1 | 11   | dm-3    | 13   | em-1           | 10    | 83000                | B-1                       | 100/0.5 |
|      | 5                             | R-5                              | A-1  | am-1    | 62   | bm-1 | 12      | cm-1 | 12   | dm-1    | 8    | em-1           | 6     | 14800                | —                         | —       |
|      | 6                             | R-6                              | A-2  | am-1    | 57   | bm-1 | 15      | cm-1 | 14   | dm-1    | 10   | em-2           | 4     | 11000                | —                         | —       |
|      | 7                             | R-7                              | A-3  | am-1    | 72   | bm-1 | 8       | cm-1 | 5    | dm-2    | 4    | em-1           | 11    | 18500                | —                         | —       |
|      | 8                             | R-8                              | A-4  | am-1    | 65   | bm-1 | 5       | cm-1 | 10   | dm-3    | 12   | em-2           | 8     | 37000                | C-1                       | 100/1.0 |
|      | 9                             | R-9                              | A-5  | am-1    | 58   | bm-2 | 18      | cm-1 | 8    | dm-1    | 10   | em-2           | 6     | 8500                 | D-1                       | 100/1.2 |

【0038】表1において、

am-1 : メタクリル酸ナトリウム

bm-1 : メタリルスルホン酸ナトリウム

bm-2 : p-メタリルオキシベンゼンスルホン酸ナトリウム

cm-1 : メチルアクリレート

dm-1 : メトキシポリエトキシエチル (68) メタクリレート

dm-2 : メトキシポリエトキシエチル (95) メタクリレート

dm-3 : メトキシポリエトキシエチル (45) メタクリレート

e m-1: メトキシポリエトキシエチル (9) メタクリレート

e m-2: メトキシポリエトキシエチル (23) メタクリレート

B-1: 亜硫酸ナトリウム塩

B-2: チオ硫酸ナトリウム塩

C-1: 生石灰

D-1: 普通ポルトランドセメント

【0039】・試験区分2 (粉末状セメント分散剤の評価)

試験区分1で得た各例の粉末状セメント分散剤 (P-1) ~ (P-5) 及び (R-1) ~ (R-9) の粒径及び平均粒径を下記のように求めた。また、これらの製造\*

\*過程における変質の有無を、粉末状セメント分散剤10部を室温の水90部に投入し、溶解して水溶液中の不溶性ゲル状物の有無で評価した。結果を表2にまとめて示した。

粒径及び平均粒径

粒径は振動篩の篩目開きから求めた。また平均粒径は、分級した粉末を走査型電子顕微鏡で写真撮影し、この写真撮影の画像から100個の粒子を任意に選定して、選定した個々の粒子について長径 (粒子の中心を通る最長の径=D<sub>L</sub>) と短径 (粒子の中心を通る最短の径=D<sub>S</sub>) を計測し、(D<sub>L</sub>+D<sub>S</sub>)/2の平均値で求めた。

【0040】

【表2】

| 区 分   | 粉末状セメント<br>分散剤の種類 | 粒 径<br>( $\mu\text{m}$ ) | 平均粒径<br>( $\mu\text{m}$ ) | 変質の有無 |   |
|-------|-------------------|--------------------------|---------------------------|-------|---|
| 実施例 1 | P-1               | 700>                     | 450                       | 無     |   |
|       | 2                 | P-2                      | 700>                      | 220   | 無 |
|       | 3                 | P-3                      | 700>                      | 320   | 無 |
|       | 4                 | P-4                      | 3000>                     | 950   | 無 |
|       | 5                 | P-5                      | 3000>                     | 1100  | 無 |
| 比較例 1 | R-1               | 3000>                    | 920                       | 無     |   |
|       | 2                 | R-2                      | 3000>                     | 930   | 無 |
|       | 3                 | R-3                      | 3000>                     | 920   | 無 |
|       | 4                 | R-4                      | 3000>                     | 950   | 無 |
|       | 5                 | R-5                      | 3000>                     | 1100  | 有 |
|       | 6                 | R-6                      | 3000>                     | 990   | 有 |
|       | 7                 | R-7                      | 3000>                     | 900   | 有 |
|       | 8                 | R-8                      | 3000>                     | 350   | 有 |
|       | 9                 | R-9                      | 3000>                     | 240   | 有 |

【0041】試験区分3 (セメントペーストの調製及び評価)

2リットルのホバートキサーに普通ポルトランドセメント (比重=3.16、ブレン値3300) 1000部を投入し、ペーストフロー値が200±10mmの範囲に入るように表1記載の粉末状セメント分散剤を0.20~1.05部加え、乾式混合した。ここで乾式混合したものはセメント系プレミックス製品である。次に、乾式混合したセメント系プレミックス製品に水270部を加え、20℃の温度下で3分間混練してセメントペーストを調製した。調製したセメントペーストのペーストフロー値を下記のように測定した。また20℃の温度下で静置のまま、混練後90分間経過したペーストフロー値も同様に測定し、フロー残存率を下記のように求めた。更に18時間後の圧縮強度を下記のように測定した。結果

を表3にまとめて示した。

【0042】・ペーストフロー値: ガラス板の上に内径50mm×高さ51mmの塩化ビニール製パイプ (内容積100ml) を置き、調製したペーストを充填した後、パイプを引き上げた。ペーストの拡がり静止した後、直角2方向の直径を測定して、その平均値をフロー値とした。

40 ・フロー残存率: (90分後のペーストフロー値/混練直後のペーストフロー値) × 100

・圧縮強度: 直径5cm×高さ10cmの鋼製型枠に調製したペーストを充填し、供試体を作製した。これを20℃の温度下で湿気養生し、JIS-A1108に準拠してその圧縮強度を測定した。

【0043】

【表3】

13

14

| 区 分   | 粉 末 状<br>セメント<br>分 散 剤<br>の 種 類 | 添加量  | 直 後 の<br>フロー値<br>(cm) | 90分後の<br>フロー値<br>(cm) | フロー<br>残存率<br>(%) | 材 齢 18<br>時 間 の<br>圧縮強度<br>(N/mm <sup>2</sup> ) |
|-------|---------------------------------|------|-----------------------|-----------------------|-------------------|---|
| 試験例 1 | P-1                             | 0.20 | 205                   | 190                   | 92.7              | 29.0  |
| 2     | P-2                             | 0.20 | 203                   | 195                   | 96.1              | 29.5  |
| 3     | P-3                             | 0.20 | 199                   | 185                   | 93.0              | 28.5  |
| 4     | P-4                             | 0.25 | 197                   | 178                   | 90.4              | 27.6  |
| 5     | P-5                             | 0.22 | 208                   | 189                   | 90.9              | 27.8  |
| 6     | R-1                             | 0.30 | 202                   | 92                    | 45.5              | 21.0  |
| 7     | R-2                             | 0.40 | 204                   | 125                   | 61.3              | *   |
| 8     | R-3                             | 0.45 | 192                   | 134                   | 69.8              | *   |
| 9     | R-4                             | 0.95 | 195                   | 82                    | 42.1              | *   |
| 10    | R-5                             | 0.26 | 205                   | 144                   | 70.2              | 23.5  |
| 11    | R-6                             | 0.26 | 201                   | 128                   | 63.7              | 23.0  |
| 12    | R-7                             | 0.27 | 198                   | 136                   | 68.7              | 22.0  |
| 13    | R-8                             | 0.42 | 196                   | 110                   | 56.1              | *   |
| 14    | R-9                             | 0.28 | 203                   | 138                   | 67.9              | 21.5  |
| 15    | R-10                            | 1.05 | 199                   | 123                   | 61.8              | 26.5  |

【0044】表3において、

添加量：セメント100部に対する粉末状セメント分散剤の添加部

R-10：ナフタレンスルホン酸ホルマリン高縮合物塩の粉末品

\*：硬化していなかったもので測定できなかった

【0045】

【発明の効果】既に明らかなように、以上説明した本発明には、それ自体の変質がなく、またセメント配合物に高い流動性を与えると共にその経時的低下を抑え、しかも硬化初期に十分な早期強度を発現させるという効果がある。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テ-マコ-ト\* (参考)

// C 0 4 B 103:40

(72) 発明者 飯田 昌宏  
愛知県蒲郡市港町2番5号 竹本油脂株式会社内

(72) 発明者 岡田 和寿  
愛知県蒲郡市港町2番5号 竹本油脂株式会社内

(72) 発明者 副田 孝一  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 太平洋セメント株式会社佐倉研究所内

(72) 発明者 林 浩志  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 太平洋セメント株式会社佐倉研究所内

(72) 発明者 塚田 和久  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 太平洋セメント株式会社佐倉研究所内

(72) 発明者 磯村 弘隆  
千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 太平洋セメント株式会社佐倉研究所内

Fターム(参考) 4G012 MB12